19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

## INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**PARIS** 

(11) N° de publication :

*2 786 408* 

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) No d'nregistrement national :

98 15130

(51) Int CI7: B 01 F 17/54, A 61 K 7/46

(12)

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

**A1** 

- (22) Date de dépôt : 01.12.98.
- (30) Priorité :

- (71) Demandeur(s): SHISEIDO INTERNATIONAL FRANCE S.A.S Société anonyme FR.
- Date de mise à la disposition du public de la demande : 02.06.00 Bulletin 00/22.
- Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule
- Références à d'autres documents nationaux apparentés :
- Inventeur(s): BELLON PATRICE et DUCASSE CATHERINE.
- 73 Titulaire(s):
- Mandataire(s): RINUY SANTARELLI.

64 EMULSIONS TRANSPARENTES FLUIDES ET LEUR PROCEDE DE PREPARATION.

(57) Une composition sous forme d'une émulsion eaudans-silicones comprenant de 0, 5 à 15 % en poids de la composition d'une ou plusieurs substances odoriférantes, de 35 à 75 % en poids de la composition d'une phase aqueuse ou hydrophile comprenant plus de 90 % d'eau et de glycols, de 10 à 40 % en poids de la composition d'une phase huileuse ou lipophile comprenant un agent tensioactif siliconé et plus de 80 % d'une ou plusieurs silicones volatiles, et présentant une viscosité inférieure à 30 000 cps.





La présente invention concerne des émulsions cosmétiques transparentes fluides et leur procédé de préparation.

Les compositions corporelles parfumantes sont destinées à donner une odeur agréable à la peau. Elles contiennent, de ce fait, au moins une substance odoriférante qui leur donne leur odeur. Elles peuvent se présenter sous différentes formes.

Il s'agit le plus souvent de compositions parfumantes transparentes et liquides, telles que les eaux de toilette ou les produits apparentés comme les eaux sans alcool. Ces compositions essentiellement constituées d'une phase hydrophile dans laquelle l'incorporation d'une substance odoriférante nécessite sa solubilisation par une certaine quantité d'alcool éthylique, pour les eaux de toilette, ou de solubilisants, pour les eaux sans alcool. Cette solubilisation permet d'obtenir des compositions parfaitement transparentes, images de fraîcheur et de pureté. Cependant la consistance liquide et le toucher cosmétique sec, plus ou moins collant, de ces compositions sont mal adaptés à une utilisation sur l'ensemble du corps. Du point de vue de la tolérance cutanée, l'alcool éthylique et les solubilisants sont connus pour altérer le film hydrolipidique de la peau et sa fonction barrière, et présentent donc un pouvoir desséchant, plus ou moins irritant.

10

15

20

Les produits corporels parfumants peuvent également se présenter sous forme de laits opaques plus ou moins épais. Ce sont alors des émulsions du type huile-dans-eau (H/E) obtenues par l'utilisation d'émulsionnants connus. De par leur structure même, les émulsions H/E ne sont pas transparentes. La présence d'une phase huileuse dans ce type de composition permet dans une certaine mesure l'incorporation de substances odoriférantes, généralement liposolubles, sans ajout d'alcool éthylique ou de solubilisant. Il en résulte qu'en choisissant convenablement les émulsionnants de la formule, on obtient facilement des compositions au toucher cosmétique riche et onctueux, non irritantes, mieux adaptées à une utilisation corporelle que les formes précédentes. Mais il en résulte également que ces compositions

contiennent toujours moins de composés odoriférantes que les eaux de toilettes ou les eaux sans alcool et elles sont donc en général moins parfumantes.

Il serait donc souhaitable de disposer de compositions présentant les avantages des eaux de toilettes et des eaux sans alcool (transparence et parfumage), et les avantages des laits parfumants (respect du film hydrolipidique cutané, consistance fluide et toucher riche et onctueux adaptés à une utilisation corporelle).

On connaît des compositions cosmétiques translucides ou transparentes constituées par une émulsion eau-dans-silicones. La transparence de ces compositions résulte d'un ajustement des indices de réfraction entre la phase aqueuse et la phase siliconée à l'aide, entre autres, de glycols. Ces glycols sont connus pour leur fort pouvoir hydratant et les émulsions eau-dans-silicones sont donc essentiellement utilisées pour l'élaboration de produits de soins qui améliorent l'état de la peau (comme décrit dans FR-A-2.683.453 et EP-A- 407.089).

Cependant, la zone de transparence de ces compositions correspond le plus souvent à une émulsion de viscosité importante. De plus, l'ajustement des indices de réfraction pour obtenir la transparence est particulièrement délicat en présence de composés odoriférants. De ce fait, il n'est pas possible d'incorporer à un pourcentage important des composés odoriférants dans de telles compositions. Ainsi pour la formulation de compositions fluides parfumantes pour le corps, a-t-on tendance à utiliser d'autres types de composition qu'une émulsion transparente eau-dans-silicones.

Or la demanderesse a découvert avec étonnement des compositions parfumantes transparentes fluides comprenant, dans un support cosmétique de type émulsion eau dans silicones, un ou plusieurs composés odoriférants, présentant :

 à la fois les avantages des eaux de toilettes / eaux sans alcool : la transparence et le parfumage,

25

et les avantages des laits parfumants: respect du film hydrolipidique cutané,
 consistance fluide et toucher riche et onctueux adaptés à une utilisation
 corporelle.

C'est pourquoi la présente demande a pour objet une composition sous forme d'une émulsion eau-dans-silicones caractérisée en ce qu'elle comprend :

- 0,5 à 15 % en poids de la composition d'une ou plusieurs substances odoriférantes,
- 35 à 75 % en poids de la composition d'une phase aqueuse ou hydrophile
   comprenant plus de 90 % d'eau et de glycols.
  - 10 à 40 % en poids de la composition d'une phase huileuse ou lipophile comprenant un agent tensioactif siliconé et plus de 80 % d'une ou plusieurs silicones volatiles,

et en ce qu'elle présente une viscosité inférieure à 30 000 cps.

25

La ou les substances odoriférantes utilisées dans l'invention constituent le parfum de la composition. Ce parfum peut être formé d'un mélange d'huiles essentielles extraites de plantes ou de parties de plantes telles la rose bulgare, les feuilles de Coriandre, le lys doré du Japon ou le poivre de Shichuan, ou d'un mélange de substances odoriférantes telles que les alcools aliphatiques et aromatiques, les aldéhydes aliphatiques ou aromatiques, les cétones. Elles représentent 0,5 à 15 % en poids de la composition, notamment de 1 à 10 % et de préférence de 3 à 6 %.

Selon l'invention, l'eau et les glycols représentent plus de 90 % notamment plus de 92 % et particulièrement plus de 95 % en poids de la phase aqueuse ou hydrophile de la composition.

Dans la phase aqueuse ou hydrophile, l'eau peut représenter de 10 à 35 %, notamment de 10 à 20 % et de préférence de 13 à 18 % en poids de la composition.

Les glycols sont préférentiellement un mélange de butylène glycol 30 et de glycérine et représentent notamment de 25 à 75 %, et de préférence de 30 à 45 % en poids de la composition. Selon l'invention, les silicones volatiles représentent plus de 80 % notamment plus de 83 % et particulièrement plus de 86 % en poids de la phase huileuse ou lipophile de la composition. Les silicones volatiles utilisables dans l'invention sont par exemple les cyclométhicones et les diméthicones. Les silicones volatiles peuvent représenter de 10 à 40 %, notamment de 15 à 30 % et particulièrement de 16 à 25 % en poids de la composition.

L'agent tensioactif siliconé est préférentiellement un copolyol de diméthicone qui peut représenter de 1 à 5 % en poids de la composition, et particulièrement de 1 à 2 %.

10

20

30

Ces compositions parfumantes peuvent également contenir des adjuvants cosmétiques classiques choisis parmi les corps gras (esters d'acides gras, huiles végétales ou minérales ou de synthèse, les huiles silicones non volatiles), les solvants organiques (alcool éthylique et autres polyols tels que le propylène glycol, le dipropylène glycol, l'héxylène glycol et les polyéthylènes glycols), les épaississants (acides polyacryliques, les gommes, les dérivés cellulosiques), les filtres chimiques (octylméthoxycinnamate, benzophénones, butyl méthoxy dibenzoylméthane), les stabilisants, les émollients, les silicones, les conservateurs, les colorants ou tout autre ingrédient utilisé en cosmétique en particulier pour la fabrication d'émulsions eau-dans-silicones. Selon le cas, ces adjuvants cosmétiques classiques pourront se trouver dans la phase aqueuse ou hydrophile ou dans la phase huileuse ou lipophile de la composition.

Les compositions parfumantes selon l'invention peuvent en outre contenir des particules visibles (sphères et microsphères, capsules et microcapsules, nacres) dont le poids n'entre pas en considération dans les pourcentages ci-dessus et qui donnent à la composition un aspect visuel attractif ou également des substances déodorantes (Chlorhydrate d'aluminium, Triclosan) permettant l'utilisation de l'invention en tant que composition déodorante parfumée par exemple.

La viscosité des compositions selon l'invention a été évaluée à l'aide d'un viscosimètre Brookfield DV-II+ équipé d'un mobile tournant à 3 tr/mn.

Les compositions selon l'invention peuvent être préparées selon les techniques connues de fabrication des émulsions eau-dans-silicones en mélangeant à température ambiante des ingrédients de la phase aqueuse et de la phase huileuse, puis en incorporant à température ambiante des ingrédients de la phase huileuse dans la phase aqueuse. Enfin la composition parfumante est ajoutée de préférence à la température ambiante à l'émulsion eau-dans-silicones préalablement obtenue.

Les compositions cosmétiques selon l'invention présentent :

- une parfaite transparence qui apporte un aspect très attractif, symbole de
   fraîcheur et de pureté,
  - de très bonnes propriétés parfumantes avec une sublimation et une rémanence du parfumage dans le temps,
  - une tolérance optimale par respect du film hydrolipidique cutané qui autorise des utilisations répétées sans risque pour la peau,
- 15 un toucher riche et onctueux qui crée un effet de surprise car il contraste avec un aspect transparent comme l'eau, et
  - une viscosité suffisamment faible (10000 à 30000 cps) pour permettre l'écoulement hors du flacon mais suffisamment élevée pour faciliter l'étalement sur la surface du corps, d'ou une utilisation particulièrement agréable.

20

En tant que compositions parfumantes transparentes, les émulsions selon l'invention peuvent donc être appliquées sur la peau du corps pour la parfumer à la place d'un lait parfumant ou comme alternative à une eau de toilette ou une eau sans alcool. Ainsi ces compositions peuvent être utilisées quotidiennement, après la douche ou le bain, et pendant et après une exposition solaire.

De par leurs propriétés parfumantes, les compositions selon l'invention peuvent également être utilisées pour le parfumage des cheveux, du visage ou en tant que gel déodorant parfumé.

De par leur transparence, on peut aussi les utiliser comme véhicule pour des particules visibles (sphères et microsphères ou capsules et microcapsules, nacres).

Les compositions parfumantes de l'invention peuvent être obtenues facilement à température ambiante ce qui permet de faciliter leur mise en oeuvre industrielle mais surtout de respecter totalement l'intégrité des substances odoriférantes du parfum. Leur stabilité est bonne au cours du temps, sans altération du rendu olfactif de la composition parfumante.

Les exemples qui suivent illustrent la présente invention.

# 10 Exemples de réalisation

Exemple 1 : lait pour le corps transparent parfumant.

#### Phase A

Eau	qs 100 g
Butylène glycol	30 g
Glycérine	5 g
Méthyl gluceth-20	1 g
Conservateurs	0,3 g
Chlorure de magnésium	1 g
Colorants	qs

## 15 Phase B

Cyclométhicone	25 g
Diméthicone copolyol	1 g
Diméthicone	· 2 g

## Phase C

Parfum JAMEE 135418 G	3 g
	·

(mélange de substances odoriférantes, commercialisé par la société FIRMENICH).

On mélange les ingrédients de la phase A à température ambiante, on mélange les ingrédients de la phase B à température ambiante, on incorpore la phase B dans la phase A sous agitation, puis on ajoute la phase C jusqu'à homogénéité et transparence.

Exemple 2: parfum corporel fluide.

## 10 Phase A

Eau	qs 100 g
Propylène glycol	20 g
Butylène glycol	12 g
Glycérine	22 g
Conservateurs	0,3 g
Chlorure de sodium	2 g
Colorants	qs

## Phase B

Cyclométhicone	15 g
Diméthicone copolyol	2 g
Diméthicone	2 g

## Phase C

Parfum PLAISIR DES COULEURS 135395BO	6 g
	L

15 (mélange de substances odoriférantes, commercialisé par la société FIRMENICH).

On mélange les ingrédients de la phase A à température ambiante, on mélange les ingrédients de la phase B à température ambiante, on incorpore la phase B dans la phase A sous agitation, puis on ajoute la phase C jusqu'à homogénéité et transparence.

Exemple 3 : gel parfumé pour les cheveux.

## 5 Phase A

Eau	qs 100 g .	
Butylène glycol	35 g	
Glycérine	,10 g	
Conservateurs	0,3 g	
Chlorure de sodium	1,5 g	
Colorants	qs	

## Phase B

Cyclométhicone	25 g
Octylméthoxycinnamate	1 g
Diméthicone copolyol	2 g
Diméthicone	2 g

## Phase C

Parfum JAMEE 135418 G	5 g

10

(mélange de substances odoriférantes, commercialisé par la société FIRMENICH).

On mélange les ingrédients de la phase A à température ambiante, on mélange les ingrédients de la phase B à température ambiante, on incorpore la phase B dans la phase A sous agitation, puis on ajoute la phase C jusqu'à homogénéité et transparence.

Exemple 4: déodorant parfumant.

#### Phase A

Eau	qs 100 g
Propylène glycol	10 g
Chlorhydrate d'aluminium	6 g
Dipropylène glycol	5 g
Butylène glycol	10 g
Glycérine	20 g .
Méthyl gluceth-20	1 g
Chlorure de sodium	0,1 g

## Phase B

Cyclométhicone	15 g
Diméthicone copolyol	1,5 g
Phényl triméthicone	2 g

5

## Phase C

Parfum JAMEE	1354180 G	4 g

(mélange de substances odoriférantes, commercialisé par la société FIRMENICH).

On mélange les ingrédients de la phase A à température ambiante, on mélange les ingrédients de la phase B à température ambiante, on incorpore la phase B dans la phase A sous agitation, puis on ajoute la phase C jusqu'à homogénéité et transparence.

## Exemple 5: Etude clinique

Une étude clinique sous contrôle dermatologique a été menée pour apprécier la tolérance cutanée et les qualités cosmétiques de la composition selon l'exemple N°1. Cette composition a été appliquée dans des

conditions normales d'utilisation pendant 3 semaines, par 19 volontaires adultes de sexe féminin.

Concernant la tolérance de la composition, les volontaires ont indiqué n'avoir ressenti et/ou observé, au cours de l'essai, aucune réaction d'inconfort et/ou d'irritation. Aucune manifestation clinique n'a été constatée par le dermatologue après 3 semaines d'applications. La tolérance de la composition a été jugée très bonne chez tous les volontaires ayant participé à l'étude et justifie l'allégation de type «tolérance testée sous contrôle dermatologique » pour la composition selon l'exemple 1.

Concernant les performances de la composition en tant que lait pour le corps, les volontaires ont émis un avis pour les critères suivants :

- Tenue du parfum : avis favorable dans 84 % des cas,

- Etalement : avis favorable dans 89 % des cas,

- Application facile : avis favorable dans 79 % des cas,

15 - Consistance : avis favorable dans 84 % des cas.

10

Le jugement de la composition a donc révélé des appréciations favorables concernant les propriétés parfumantes ou les caractéristiques d'utilisation de la composition.

#### REVENDICATIONS

- 1. Une composition sous forme d'une émulsion eau-dans-silicones caractérisée en ce qu'elle comprend :
- 5 0,5 à 15 % en poids de la composition d'une ou plusieurs substances odoriférantes,
  - 35 à 75 % en poids de la composition d'une phase aqueuse ou hydrophile comprenant plus de 90 % d'eau et de glycols.
- 10 à 40 % en poids de la composition d'une phase huileuse ou lipophile
   comprenant un agent tensioactif siliconé et plus de 80 % d'une ou plusieurs silicones volatiles,

et en ce qu'elle présente une viscosité inférieure à 30 000 cps.

15

- 2. Une émulsion eau-dans-silicones selon la revendication 1, caractérisée en ce que la ou les substances odoriférantes représentent de 1 à 10 % en poids de la composition.
- 3. Une émulsion eau-dans-silicones selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que la ou les substances odoriférantes représentent de 3 à 6 % en poids de la composition.
- 4. Une émulsion eau-dans-silicones selon l'une des revendications
  1 à 3, caractérisée en ce que, dans la phase aqueuse ou hydrophile, l'eau représente de 10 à 35 % en poids de la composition.
  - 5. Une émulsion eau-dans-silicones selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que, dans la phase aqueuse ou hydrophile, l'eau représente de 13 à 18 % en poids de la composition.
- 6. Une émulsion eau-dans-silicones selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que les glycols représentent de 25 à 75 % en poids de la composition.
- 7. Une émulsion eau-dans-silicones selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisée en ce que les glycols représentent de 30 à 45 % en poids de 30 la composition.

- 8. Une émulsion eau-dans-silicones selon l'une des revendications 1 à 7 caractérisée en ce que les glycols sont un mélange de butylène glycol et de glycérine.
- 9. Une émulsion eau-dans-silicones selon l'une des revendications 1 à 8 caractérisée en ce que les silicone volatiles représentent plus de 86 % en poids de la phase huileuse ou lipophile de la composition.
  - 10. Une émulsion eau-dans-silicones selon l'une des revendications 1 à 9 caractérisée en ce que l'agent actif siliconé représente de 1 à 5 % en poids de la composition.

# REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL de la

PROPRIETE INDUSTRIELLE

# RAPPORT DE RECHERCHE PRELIMINAIRE

N° d'enregistrement national

établi sur la base des demières revendications déposées avant le commencement de la recherche FA 566111 FR 9815130

13	Citation du document avec indication, en ce des parties perinentes  0 94 22420 A (QUEST INT 13 octobre 1994 (1994-10-revendications 1-9 *	NEDERLAND	)	1-4,6,7	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
13	3 octobre 1994 (1994-10-1	NEDEKLANU	,	1-4,0,/	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
*	revendications 1-9 *		· ·		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
					DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
					DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
					DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
			·		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
					DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
					DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
					DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
					DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
					DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (int.CL.6)
					DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
					DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
	•				
					A61K
	*.				
	•				
					·
					·
	Oa	te d'achèvement de	la recherche	4	Examinateur
		26 juil1	et 1999	Foi	uquier, J-P
X : particu Y : particu autre d A : pertine	EGORIE DES DOCUMENTS CITES  ulièrement pertinent à lul seul  ulièrement pertinent en combinaison avec un  jocument de la même catégorie  ant à l'encontre d'au moins une revendication  ère-plan technologique général	E: D: L:	document de b à la date de dé de dépôt ou qu cité dans la de dité pour d'autr	pôt et qui n'a été 'à une date posté mande es raisons	đune date antërieure publićqu'à cette date